

04235033 \*\*Image available\*\*

RARE-EARTH ELEMENT ADDED GLASS WAVEGUIDE AND ITS MANUFACTURE

PUB. NO.: 05-226733 [ JP 5226733 A]

PUBLISHED: September 03, 1993 (19930903)

INVENTOR(s): NAKAZAWA MASATAKA

IMOTO KATSUYUKI

APPLICANT(s): HITACHI CABLE LTD [000512] (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)

NIPPON TELEGR & TELEPH CORP <NTT> [000422] (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)

APPL. NO.: 04-025378 [JP 9225378]

FILED: February 12, 1992 (19920212)

ABSTRACT

PURPOSE: To obtain a glass waveguide in which a film thickness and a refractive index are controlled and a rare-earth element is uniformly added by a method wherein a core glass composed of a specific oxide matter containing the rare- earth element is formed on the surface of a substrate.

CONSTITUTION: When electron beams are substantially concurrently emitted to tablets 3a, 4a within evaporation sources 3, 4 from electron guns 5, 6, respectively, and each of the tablets 3a, 4a radially evaporates to mix within a chamber 2 as well as reach a plurality of substrates 8a to 8n located on the upper part within the chamber 2, so that a glass film composed of SiO(sub 2) and

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-226733

(43) 公開日 平成5年(1993)9月3日

| (51) Int.Cl. <sup>5</sup> | 識別記号  | 庁内整理番号    | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|-----------|-----|--------|
| H 0 1 S 3/07              |       | 8934-4M   |     |        |
| G 0 2 B 6/12              |       | N 7036-2K |     |        |
|                           |       | H 7036-2K |     |        |
| G 0 2 F 1/35              | 5 0 1 | 7246-2K   |     |        |
| H 0 1 S 3/17              |       | 8934-4M   |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数4(全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平4-25378

(22) 出願日 平成4年(1992)2月12日

(71) 出願人 000005120

日立電線株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目1番2号

(71) 出願人 000004226

日本電信電話株式会社

東京都千代田区内幸町一丁目1番6号

(72) 発明者 中沢 正隆

東京都千代田区内幸町一丁目1番6号 日

本電信電話株式会社内

(72) 発明者 井本 克之

茨城県土浦市木田余町3550番地 日立電線

株式会社アドバンスリサーチセンタ内

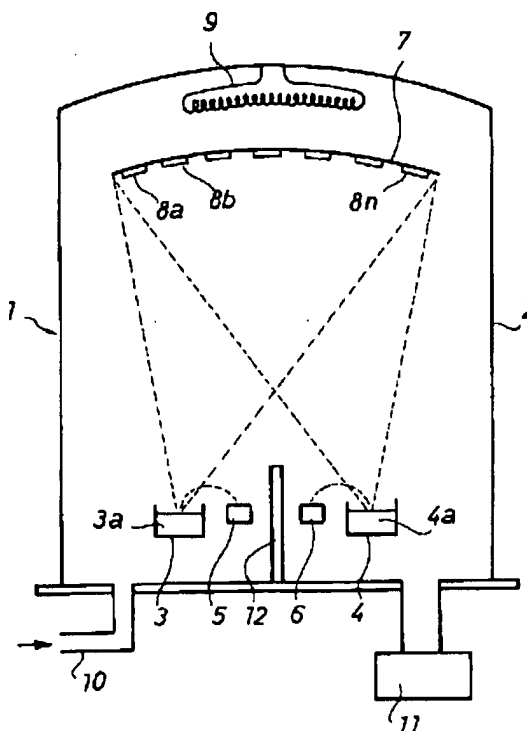
(74) 代理人 弁理士 網谷 信雄

(54) 【発明の名称】 希土類元素添加ガラス導波路およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 本発明は希土類元素添加ガラス導波路およびその製造方法に関するものであり、その主な目的は膜厚および屈折率が制御され、希土類元素が均一に添加され、かつ、その希土類元素も多量に添加された高利得性の得られる希土類元素添加ガラス導波路およびその製造方法を提供することにある。

【構成】 本発明は基板の表面上に、希土類元素を少なくとも1種含む $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ からなるコアガラスを形成し、該コアガラスをクラッドガラス等の低屈折率層で覆ったことを特徴としている。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板の表面上に、希土類元素を少なくとも1種含む $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ からなるコアガラスを形成し、該コアガラスをクラッドガラス等の低屈折率層で覆ったことを特徴とする希土類元素添加ガラス導波路。

【請求項2】 上記希土類元素を少なくとも1種含む $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ からなるコアガラスは電子ビーム蒸着法によって形成されたことを特徴とする請求項1記載の希土類元素添加ガラス導波路。

【請求項3】 低屈折率層を有する基板上に、電子ビーム蒸着法により $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ からなるタブレットと、希土類元素を少なくとも1種含むタブレットを同時に蒸発させて希土類元素を少なくとも1種含む $\text{SiO}_2$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ガラス膜を形成し、該ガラス膜をフォトリソグラフィおよびドライエッチングにより、上記希土類元素を少なくとも1種含む $\text{SiO}_2$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ガラス膜を略矩形状に加工した後、該略矩形状のガラス膜全面に低屈折率層を被覆したことを特徴とする希土類元素添加ガラス導波路の製造方法。

【請求項4】 上記 $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ の一体化タブレットは、 $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ の粉末を均一混合した後、これをホットプレスにより所定形状に固形化して形成したことを特徴とする請求項3記載の希土類元素添加ガラス導波路の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は希土類元素を添加したガラス導波路およびその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、ガラス導波路のコア内に希土類元素を添加することにより、レーザーや光増幅器を実現しようとする研究開発が注目されている。

【0003】 図3はガラス導波路のコア内に希土類元素を添加する方法の従来例を示したものである。すなわち、光が伝搬するコア部と、このコア部の周りにクラッド層を有するガラス光導波路膜を基板上に形成させる工程で得られる基板上のコア部用ガラス多孔質膜を、希土類元素と遷移金属元素から選ばれた1種類以上の元素を含む溶液中に液浸し、該元素を上記コア部に所定濃度に添加させ、乾燥、焼結後、フォトリソグラフィ、ドライエッチングプロセスによりコア部表面上にクラッド層を堆積させてレーザー用あるいは光増幅器用希土類元素添加ガラス導波路を得る方法である（特開平2-25083号公報）。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ところで上述した従来の希土類元素添加ガラス導波路の製造方法では以下の様な欠点があった。

【0005】 (1) コア部内に希土類元素を均一に添加

することが困難であった。すなわち、上述した方法はガラス多孔質膜中に液体を含浸させる方法であるため、ガラス多孔質膜の厚さ方向に濃度分布を持つことになり、コア部内での希土類元素の濃度勾配は励起効率の低下を招いていた。

【0006】 (2) コア部内に希土類元素を多量に添加することは困難であった。

【0007】 (3) ガラス多孔質膜を堆積させた後、これを焼結して透明なガラスにする方法であるため膜厚および屈折率の制御が困難であった。

【0008】 (4) 液体を通して不純物が混入し易く、低損失化が困難であった。

【0009】 そこで、本発明は上記の問題点を有効に解決するために案出されたものであり、その主な目的は膜厚および屈折率が制御され、希土類元素が均一に添加され、かつ、その希土類元素も多量に添加された高利得性の得られる希土類元素添加ガラス導波路およびその製造方法を提供することにある。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するために第一の発明は基板の表面上に、希土類元素を少なくとも1種含む $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ からなるコアガラスを形成し、該コアガラスを低屈折率層で覆ったものであり、第二の発明は上記希土類元素を少なくとも1種含む $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ コアガラスは電子ビーム蒸着法によって形成されたものである。また、第三の発明は低屈折率層を有する基板上に、電子ビーム蒸着法により $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ の一体化タブレットと、希土類元素を少なくとも1種含むタブレットを同時に蒸発させて希土類元素を少なくとも1種含む $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ガラス膜を形成し、該ガラス膜をフォトリソグラフィおよびドライエッチングにより、上記希土類元素を少なくとも1種含む $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ガラス膜を略矩形状に加工した後、該略矩形状のガラス膜全面に低屈折率のガラス膜を被覆したものであり、第四の発明は上記 $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ の一体化タブレットは、 $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ の粉末を混合した後、これをホットプレスにより所定形状に固形化して形成したものである。

## 【0011】

【作用】 本発明のガラス導波路は光の伝搬する領域であるコアガラスを融点が略等しい $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ を用いて構成し、このコアガラス内に希土類元素を少なくとも1種添加したものであり、その製造方法として2つの蒸発源を有する電子ビーム蒸着法によりコア用ガラス膜を形成するものである。すなわち、一方の蒸発源に $\text{SiO}_2$ と $\text{Ta}_2\text{O}_5$ の粉末を混合し、ホットプレスにより固形化したタブレットを入れ、他方の蒸発源に希土類元素を少なくとも1種含んだタブレットを入れ、これらタブレットに電子ビームを同時に照射すると、その蒸気が電子ビーム蒸着装置の上部側に配置された基板上に、

3

ガラス膜を形成する方法であるため、希土類元素と屈折率制御用添加物の $Ta_2O_5$ との少なくとも2種含んだガラス膜を容易に得ることができる。しかも膜厚と屈折率は精密に制御でき、かつ希土類元素を高濃度に添加することができる。さらにそれぞれの電子ビームの電流値を時間的に調節することにより、厚み方向の組成（すなわち、屈折率と希土類元素の添加濃度）を制御することができる。また、一方の蒸発源内に入れるタブレットは $SiO_2$ と $Ta_2O_5$ といった融点の差が $\pm 200^\circ C$ 以内の材料で構成することで蒸発速度の差を無くしてクラスタ発生を抑え、粒径が $1\mu m$ 以下の透明で光散乱損失の小さいガラス膜が得られる。さらに、ガラス膜中に粒径が $1\mu m$ 以上のクラスタがないために、ドライエッチングの際のエッチングも一様に行なえ、エッチング荒れの少ない略矩形のコアパターンを形成することができる。また、このようにして得られた基板を利用して光導波路を製造することによって、低損失でかつ高利得特性の光導波路を得ることができる。

【0012】

【実施例】以下、本発明の好適実施例を添付図面に基  
いて詳述する。

【0013】図1は、本発明の希土類元素添加ガラス導波路のコア用ガラス膜の製造に用いる電子ビーム蒸着装置1の一実施例を示したものである。

【0014】図示するように、チャンバ2内底部には器状に形成された2つの蒸発源3、4が配置されており、一つの蒸発源3内には $SiO_2$ と $Ta_2O_5$ からなるブロック状のタブレット3aが入れられており、また、一方の蒸発源4内には希土類元素を少なくとも1種含んだブロック状のタブレット4aが入れられている。

【0015】この蒸発源3内のタブレット3aは $SiO_2$ と $Ta_2O_5$ の粉末を所望重量%となるように混合し、ホットプレスにより焼結密度が90%以上となるようにブロック状にした焼結体である。また、この $Ta_2O_5$ は屈折率制御用添加物であり、 $SiO_2$ に対して1重量%から10数重量%添加されている。

【0016】また、これら蒸発源3、4近傍には電子ガン5、6が設けられており、それぞれ電子ビームを蒸発源3、4内のタブレット3a、4aに照射してこれを蒸発させている。

【0017】一方、チャンバ2内であって、上記蒸発源3、4の上方部には基板ホルダ7が設けられており、さらに、この基板ホルダ7には複数の基板8a~8nが取り付けられている。また、この基板ホルダ7の上部にはヒータ9が設けられており、基板ホルダ7に取り付けられている複数の基板8a~8nを $100\sim 400^\circ C$ の範囲内に加熱している。

【0018】また、チャンバ2には、それぞれ酸素ガス導入系10と真空排気系11が接続されており、真空排気系11によってチャンバ2内を( $10^{-7}$ Torr)状

4

態になるように真空排気した後、酸素ガス導入系10から酸素ガスを導入し、真空度が $5\times 10^{-4}$ から $5\times 10^{-5}$ Torrになるように酸素流量が調節している。

【0019】また、上記蒸発源3、4の間には仕切板12が設けられており、これら蒸発源3、4から発生する蒸発物がお互い混入しないように防止している。

【0020】次に、本発明の作用を説明する。

【0021】上述したような状態において、それぞれの蒸発源3、4内のタブレット3a、4aに、それぞれの電子ガン5、6から電子ビームを略同時に照射すると、図示するように、それぞれのタブレット3a、4aが放射状に蒸発し、チャンバ2内で混合しつつチャンバ2内上部に位置する複数の基板8a~8nに達してその表面上に $SiO_2$ と $Ta_2O_5$ からなるガラス膜を成膜することになる。ここで、このガラス膜中の希土類元素の添加量は電子ガン5、6の電流を調節することにより、蒸発源3からの蒸発速度を制御することによって容易に調節することができる。すなわち、このガラス膜中の希土類元素の添加量は蒸発速度を調整することによって容易に制御することができ、その添加量の制御範囲は100ppmから数%の範囲に渡って実現することが可能である。例えば、蒸発源3内に $Er_2O_3$ のタブレットを入れてガラス膜を試作した結果、 $SiO_2$ - $Ta_2O_5$ ガラス膜中へのErの添加量は数百ppmから2%の範囲まで上記電子ガン5の電流値を調節することによって変えることができた。しかも、これらガラス膜の伝搬損失は $0.15\text{ dB/cm}$ 以下であり、従来の $Ta_2O_5$ の代わりに $GeO_2$ あるいは $P_2O_5$ を用いた場合の損失( $0.25\sim 0.3\text{ dB/cm}$ )に比べ、低損失値が実現できた。

【0022】また、本実施例で屈折率制御用添加物として $Ta_2O_5$ を選んだのは、 $SiO_2$ と融点が略等しいために、この一体化タブレット3aに電子ガン5から電子ビームを照射した場合、 $SiO_2$ と $Ta_2O_5$ が略一様に溶かれ、ほぼ同じ蒸発速度で蒸発していくため、屈折率制御性が極めて良いためである。従って、予め粉末状態で定めた $SiO_2$ と $Ta_2O_5$ の重量%と屈折率との間には直線的な比例関係が得られる。また、 $SiO_2$ と $Ta_2O_5$ の粉末は粒径が $1\mu m$ 以下と小さく、かつ粒径がよく揃っているために、基板8a~8nに形成されたガラス膜の微粒子径も $1\mu m$ 以下にほぼ一様となり、散乱損失の低いコアガラス膜を得ることができるためである。さらに、 $SiO_2$ と $Ta_2O_5$ の粉末の粒径がよく揃っているために、焼結密度が90%以上のタブレットを再現性良く作ることができ、これも散乱損失の低いコアガラス膜の実現に効果的であった。

【0023】尚、本実施例のタブレット3a、4aには直径18mm、厚さ10mmの円柱形のものを数個から10数個用いてガラス膜厚 $7\mu m\sim 10\mu m$ を形成したが、本発明はこれに限らず、タブレットの形状は四角

5

形、多角形のものでもよく、また大きさも上記値に限定されるものではない。また、基板8a~8nには直径3インチ、厚さ1mmの石英基板を用い、基板ホルダ7に20枚取り付けたが、タブレットと同様に、本発明はこれに限らず、例えば、そのサイズは4インチや5インチでも良く、材質も石英基板以外に、表面にSiO<sub>2</sub>膜、あるいはSiO<sub>2</sub>にP、B、Fなどの屈折率制御用添加物を少なくとも1種含んだ膜を有するSi基板でもよく、その形状、材質及び数量も上記実施例に限定されるものではない。また、基板ホルダ7はガラス膜成膜中に円周方向に回転するように構成すれば、基板面内及び基板間での膜厚および屈折率の偏差を小さく抑えることも可能となる。その実験例として屈折率の偏差は基板面内で0.1%以下、基板間で0.5%以下のものを得ることができた。また、膜厚の偏差は基板面内で0.3%以下、基板間で3%以下であった。さらに、装置1内に膜厚モニタを備えれば、ガラス膜の成膜中に膜厚をモニタしながら行うことが可能となり、従来方法に比較して製造歩留りが良くなる。

【0024】次に、上述した方法によって得られたガラス膜を使用して希土類元素添加光導波路の製造方法について説明する。

【0025】図2は本発明の希土類元素添加ガラス導波路15の実施例を示したものである。先ず図2(a)のガラス導波路15aは、上述したような方法によって基板8上に得られた希土類元素を少なくとも1種含むSiO<sub>2</sub>とTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>からなるガラス膜をフォトリソグラフィおよびドライエッチングにより、略矩形状に加工してコアガラス13を形成し、このコアガラス13上に、それよりも低屈折率のクラッドガラス層14を形成したものであり、図2(b)のガラス導波路15bは基板8上にパッファ層16を形成し、このパッファ層16の上面に上述したような方法によって得られたコアガラス13とクラッドガラス層14を形成したものであり、また、図2(c)のガラス導波路15cは図2(b)のガラス導波路15bのクラッドガラス層14の代わりにクラッドガラス層14及びクラッドガラス層17は火炎堆積法、化学的蒸着法(CVD法)、プラズマCVD法等によって形成される。

【0026】尚、この図2(a)~(c)に示すガラス導波路15は上述した方法で基板8上にコア用ガラス膜

6

を形成した後、このコア用ガラス膜上に、例えばWSi膜等のメタル膜を形成し、その後、このメタル膜上にフォトリソグラフィ工程によりフォトレジストパターンを形成する。次に、ドライエッチング工程により上記フォトレジストパターンをマスクして再度ドライエッチング工程によりコアガラス膜を剥離した後、コアガラスパターン全面に低屈折率膜を被覆することによってガラス導波路を製造することになる。

【0027】このコアガラス膜は上述したように、電子ビーム蒸着法によって形成されたものであり、希土類元素を含むSiO<sub>2</sub>とTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>からなるガラスで構成されているため、低損失なガラス導波路が実現される。また、上述したように、このクラッドガラス層14、17はコアガラス13の屈折率よりも低い値の屈折率を有するガラスが用いられ、SiO<sub>2</sub>あるいはSiO<sub>2</sub>にP、B、F、Ge、Ti等の屈折率制御用添加物を少なくとも1種含んだもので構成されている。

【0028】

【発明の効果】以上要するに本発明によれば、電子ビーム蒸着法を用いてコア用ガラス膜を形成することになっているため、電子ビームの電流値を制御することでコア用ガラス膜中に希土類元素を均一添加、あるいは添加量の制御が容易となる。しかも、形成されるガラス膜厚および屈折率の制御が容易となる。また、従来のように液体を使用しないため、不純物が混入することなく低損失化及び光散乱損失の低下が達成され、高利得性のガラス膜が提供できる等といった優れた効果を有する。

【図面の簡単な説明】

【図1】第一の発明に用いる電子ビーム蒸着装置および製造方法の一実施例を示した概略図である。

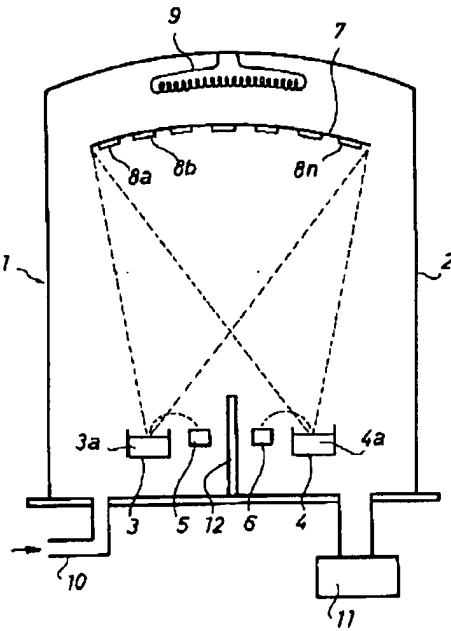
【図2】本発明の実施例を示した概略図である。

【図3】従来の希土類元素ガラス導波路の製造方法を示す概略図である。

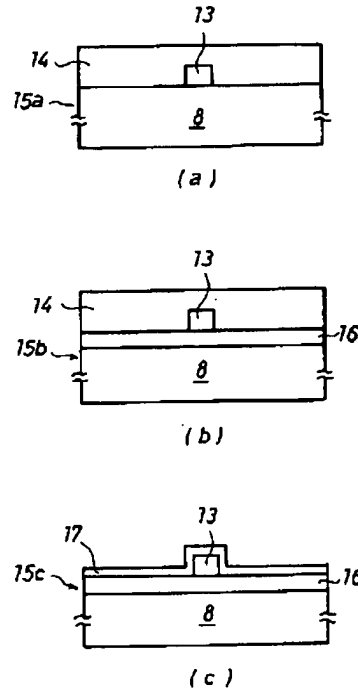
【符号の説明】

- 1 電子ビーム蒸着法
- 3a SiO<sub>2</sub>とTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>からなるタブレット
- 4a 希土類元素を含んだタブレット
- 8 基板
- 13 コアガラス
- 14 低屈折率層
- 15 ガラス導波路

【図1】



【図2】



【図3】

